



DECLARATION OF PROF. DR. THOMAS MANG

Hon. Commission of Patents and Trademarks
Washington, D.C., 20231

Dear Madam or Sir,

I declare as follows:

1. Biographical Notes

CURRICULUM VITAE PROF. DR. THOMAS MANG

Born 26.03.1952 in Kehl-Goldscheuer/Baden-Württemberg, Germany

1972 – 1979 Studies of Chemistry at the Albert-Ludwigs-University in Freiburg im Breisgau

Diploma Thesis: „About the Copolymerisation of Glycolide and Lactones“; Diplom

1979 – 1981 Doctorate at the Institute of macromolecular Chemistry (Hermann-Staudinger-Haus) at the Albert-Ludwigs-University Freiburg, Prof. Kricheldorf
Dissertation: „About the Stereospecificity of different peptide syntheses“; Doctor rer. nat.

1981 – 1982 Humboldt-scholarship at the Polymer Science & Engineering Department of the University of Massachusetts, Prof. R. W. Lenz

Research topic: „Preparation and properties of poly- β -aspartic acid“

1983 – 1988 Group leader at the research Center of the Company Boehringer Mannheim GmbH, today Roche Diagnostics, Tutzing and Penzberg/Oberbayern

Research about application of polymers and plastics in the clinical diagnostics: Immobilization of proteins and nucleic acids on different polymer surfaces, coatings, Latexpreparation, characterization and -cleaning, injection moulding.

since 1988 Professor for Macromolecular Chemistry and Plastics Technology at the faculty of Chemical Engineering in the University of Applied Sciences, Aachen

Research topics:

Water absorbent materials (hydrogels/superabsorbents): DFG-research projects and industrial cooperations; Applications as sealing materials against water, in pharmacology, for biomedical applications and as soil conditioner/ameliorant
Latexpreparation, -characterization and -application, coatings

2002 - 2004 Dean of the faculty of Chemical Engineering at the University of Applied Sciences in Aachen

2004-2006 Director of the Chemistry Department at the University of Applied Sciences in Aachen

2004 Foundation of the Institute of Applied Polymer Science

since 2004 Director of the Institute for Applied Polymer Chemistry at the University of Applied Sciences in Aachen

since 2006 Director of the competence platform “Polymer Materials” in the state of North-Rhine-Westphalia

Scientific Work

About 50 Patents, 60 Publications, invited lectures, mainly about water swellable materials

I developed the water-swellable sealing composition according to the U.S. patent application 10/551,226 within short time before the priority date of March 31, 2003.

2. Comparative Data

Comparison of Super Absorbers according to the Invention with Commercially Available Ones with regard to the Swelling in Aqueous NaCl (4%) and Ca(OH)₂ (10g/l)

1. Super absorbers compared

| | |
|--------------|--|
| SAP 3d | according to the invention, corresponding to Example 2, particle size below 560 µm, but particulate |
| T5066F | Stockhausen absorber, fine powder |
| Luquasorb DF | BASF product, fine voluminous powder |
| Ki-Gel 210 | Kuraray Co., Japan; fine powder; according to the data sheet described as being particularly suited for saline solutions (see enclosed data sheet) |

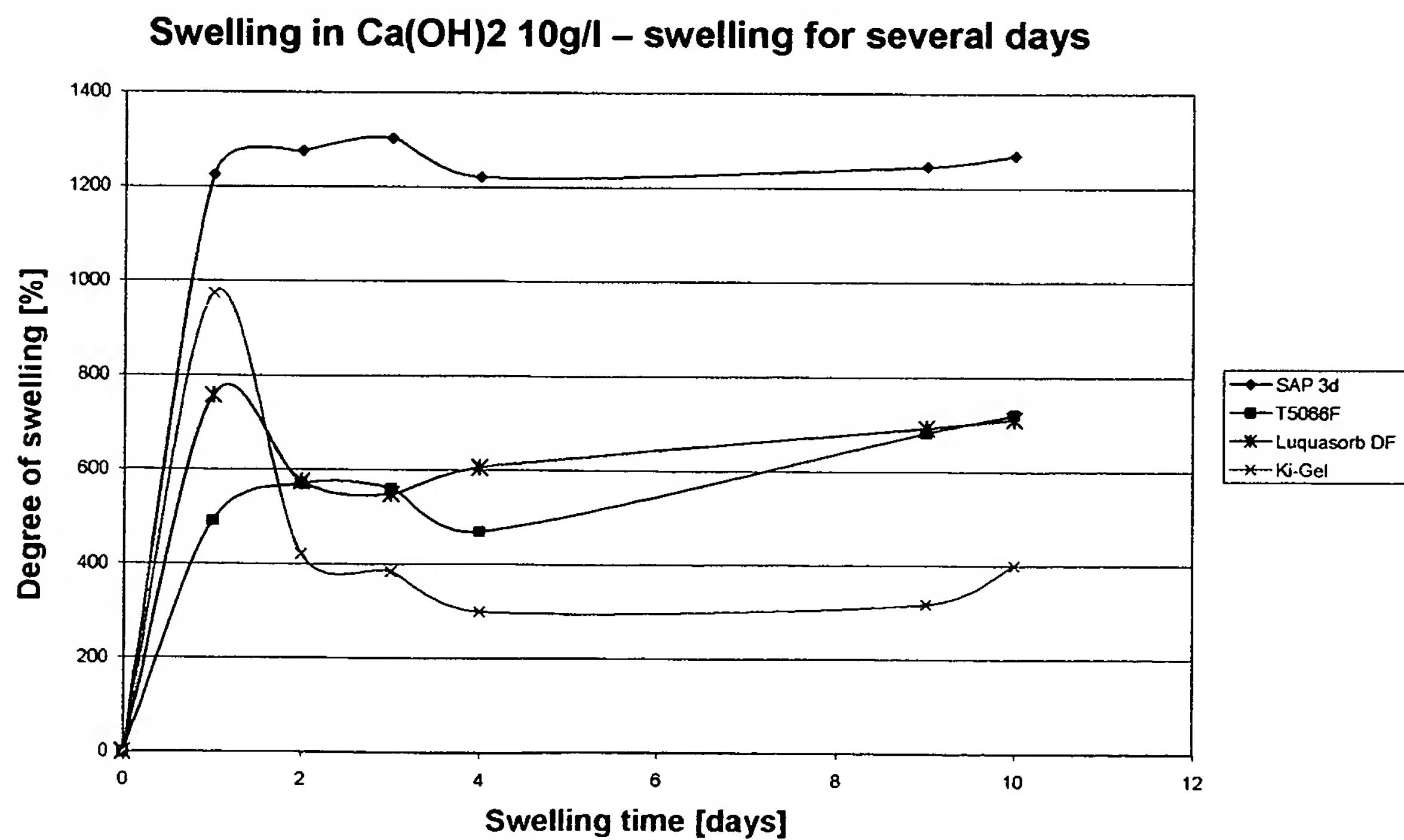
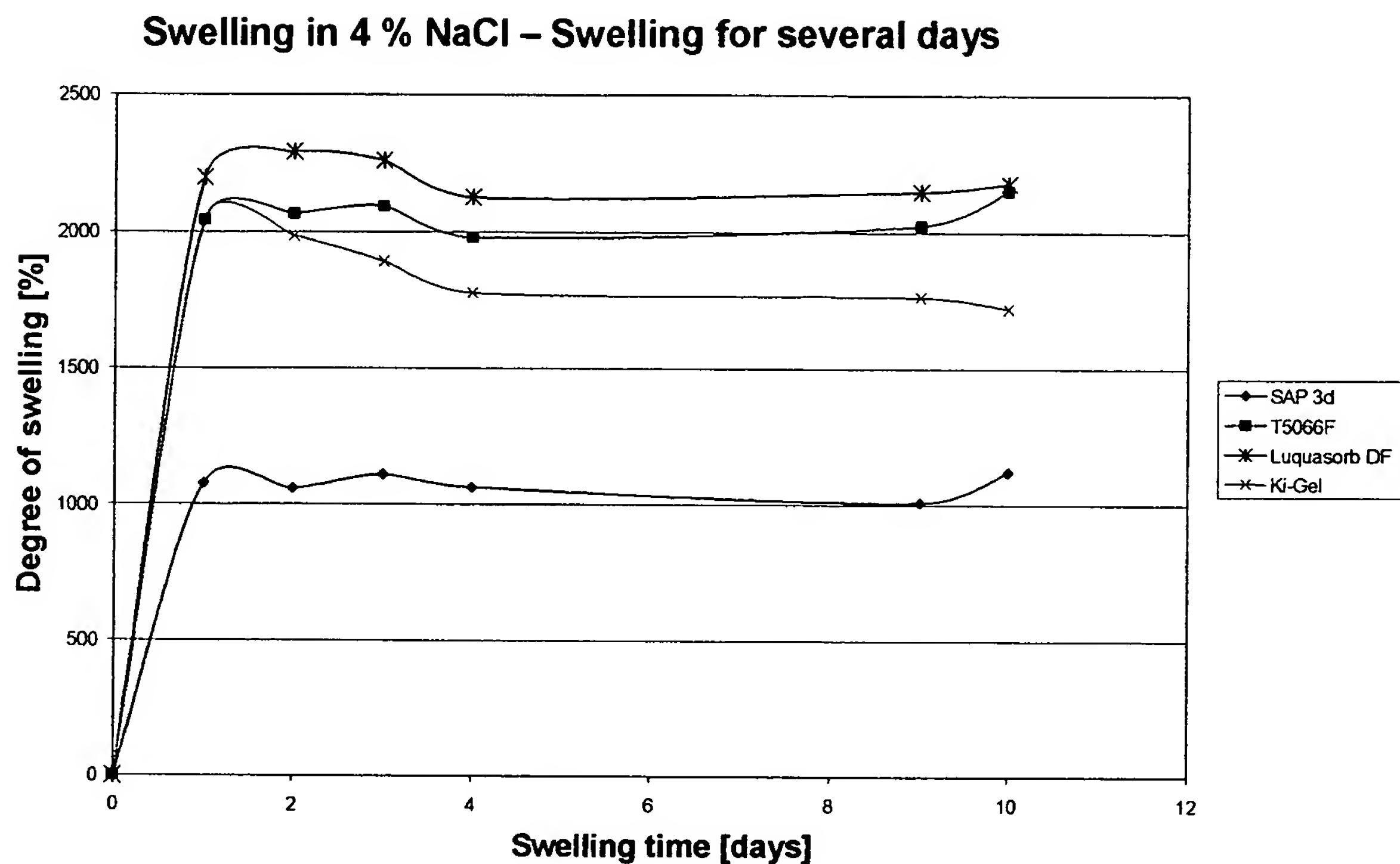
2. Determination of the degree of swelling with a tee bag test

1 g super absorber material is filled into an emptied tee bag and then hung in 500 ml swelling medium (aqueous 4 % NaCl or aqueous saturated Ca(OH)₂ solution, 10 g/l were weighed in) for swelling. After a certain swelling time, the tea bag is taken out and put on a sieve for dripping off. Subsequently, the tea bag filled with super absorber is weighed and the swelling was evaluated by determining the increase of mass.

In order to determine subsequently the ability for re-swelling after drying, the tea bag filled with super absorber is dried 1-2 days at 50 °C in an air circulation drying chamber until the initial weight is reached. Subsequently, it is put again into the corresponding swelling medium.

3. Results

3.1 Swelling for several days



The commercially available super absorbers showed about double the swelling rate of 2000% (swelling in % = $m - m_0 / m_0 \times 100$) as compared to the super absorbers according to the invention (1000 %) in 4 % table salt solution.

In contrast, in aqueous saturated $\text{Ca}(\text{OH})_2$ solution (10 g/l were weighed in), the commercially available products drop down to about 500 % while the product according to the invention remains at about 1000 %. The Ki-gel, described as being particularly suited for saline solutions, shows at the beginning a swelling which is second to the product according to the invention; however, it decreases dramatically with time.

Hence, in aqueous media containing polyvalent ions, the product according to the invention is significantly superior to those of the prior art (the commercial available materials), also to those described as being particularly suited for saline solution (Ki-gel). As polyvalent ions such as Ca^{2+} or Mg^{2+} are to be accounted for in sealing measures in the construction sector (cement water) as well as in sealing measures against sea water, an unexpected and significant progress is accomplished with the super absorber according to the invention.

Hence, the swelling of the product according to the invention is

- a) unchanged in different media, in contrast to the commercially available ones, and
- b) better in media with polyvalent ions.

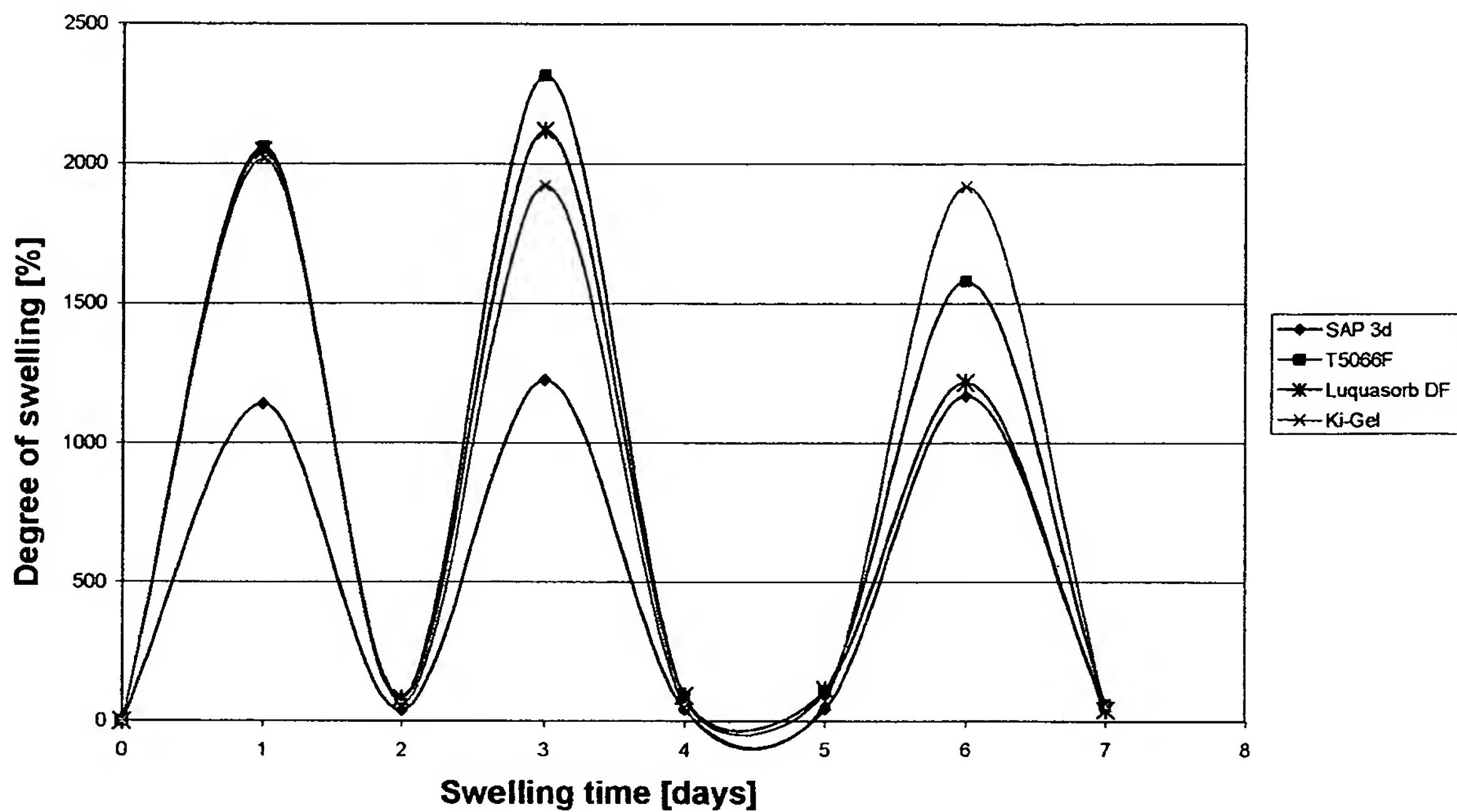
3.2 Re-swelling after drying

The product according to the invention shows an unchanged swelling of more than 1000% in both NaCl and $\text{Ca}(\text{OH})_2$ solutions after drying, even after several swelling and drying cycles.

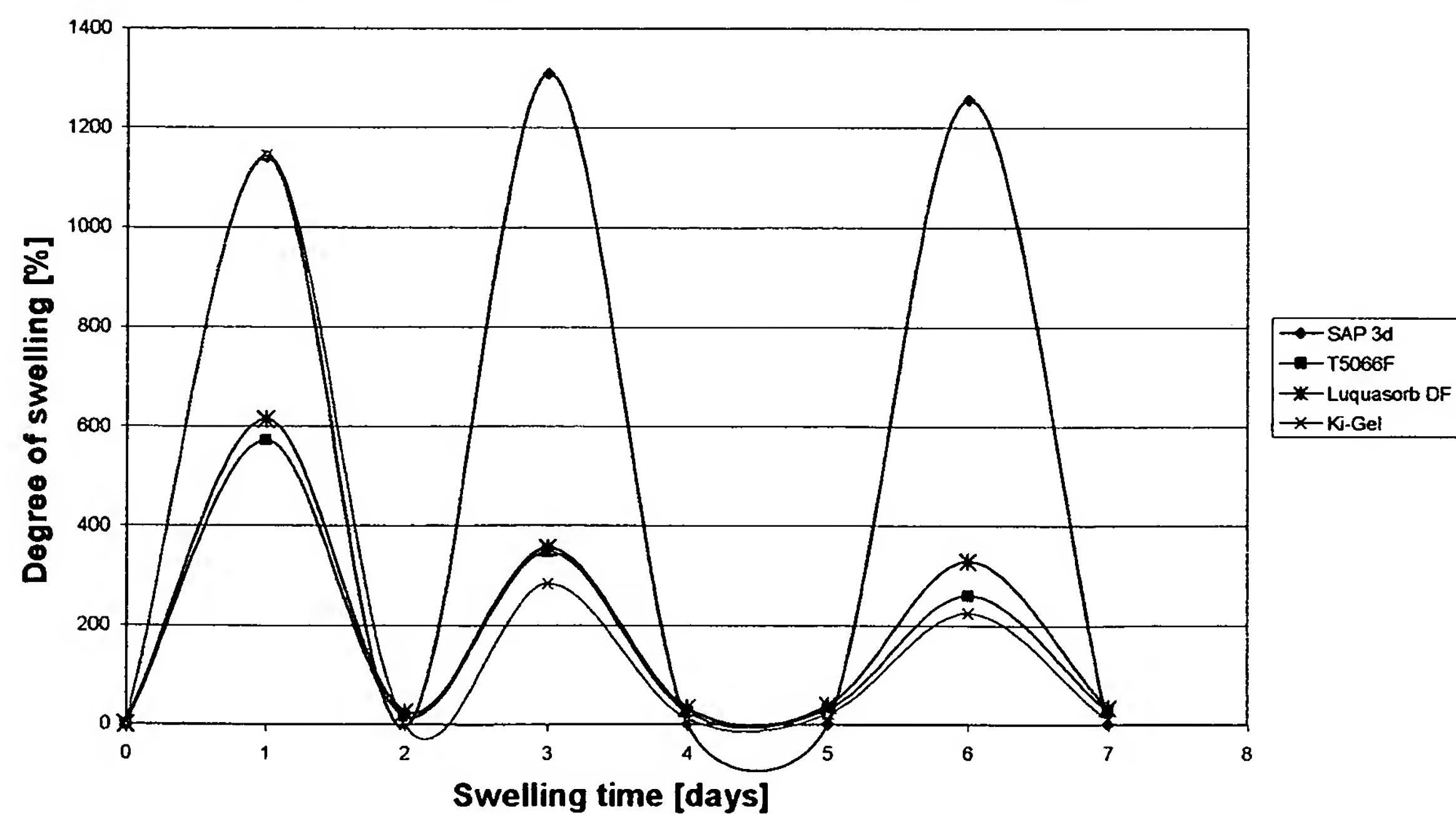
In contrast, the swelling of the commercially available standard products, including the one described as particularly suited for saline solution (Ki-gel), decreases with every drying and re-swelling.

The advantage of the invention is particularly remarkable in comparison with those products in aqueous $\text{Ca}(\text{OH})_2$ solution, where the swelling in the 3rd swelling cycle is 4-6 times higher than the swelling of the standard products. Such an improvement was not to be expected.

Wet-Dry-Alteration - Swelling in 4 % NaCl



Wet-Dry-Alteration - Swelling in $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 10g/l



These swelling and drying cycles are important for applicability.

The swelling usually decreases because in the drying step, the ions contained in the swelling medium remain in the super absorber and will further reduce the swelling of the salt-sensitive super absorbers in the next swelling step.

3. Declaration

I declare further that all statements made herein of my own knowledge are true and that all statements made of information and belief are believed true; and further that these statements were made with the knowledge that wilful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Title 18 of the United States Code, and such wilful false statement may jeopardize the validity of the above-referenced application or any patent issuing thereon.

By:

Th. May

9738

Date:

14. 08. 2008

PRODUKT T 5066 F

Hochsaugaktives Quellpulver für industrielle Anwendungen

Chemische Basis:

Polyacrylsäure, quervernetzt,
teilneutralisiert als Natriumsalz

Anwendung:

Leiter- und Schirmdrahtstopfung mit Pulvereintragssystemen
sowie Einsatz bei Kabelfüllmassen und diversen Baustoffen

Aussehen:

weißes Pulver

Kornverteilung:

1 – 63 µm
> 63 µm max 2 %
 $5 \pm 2 \%$

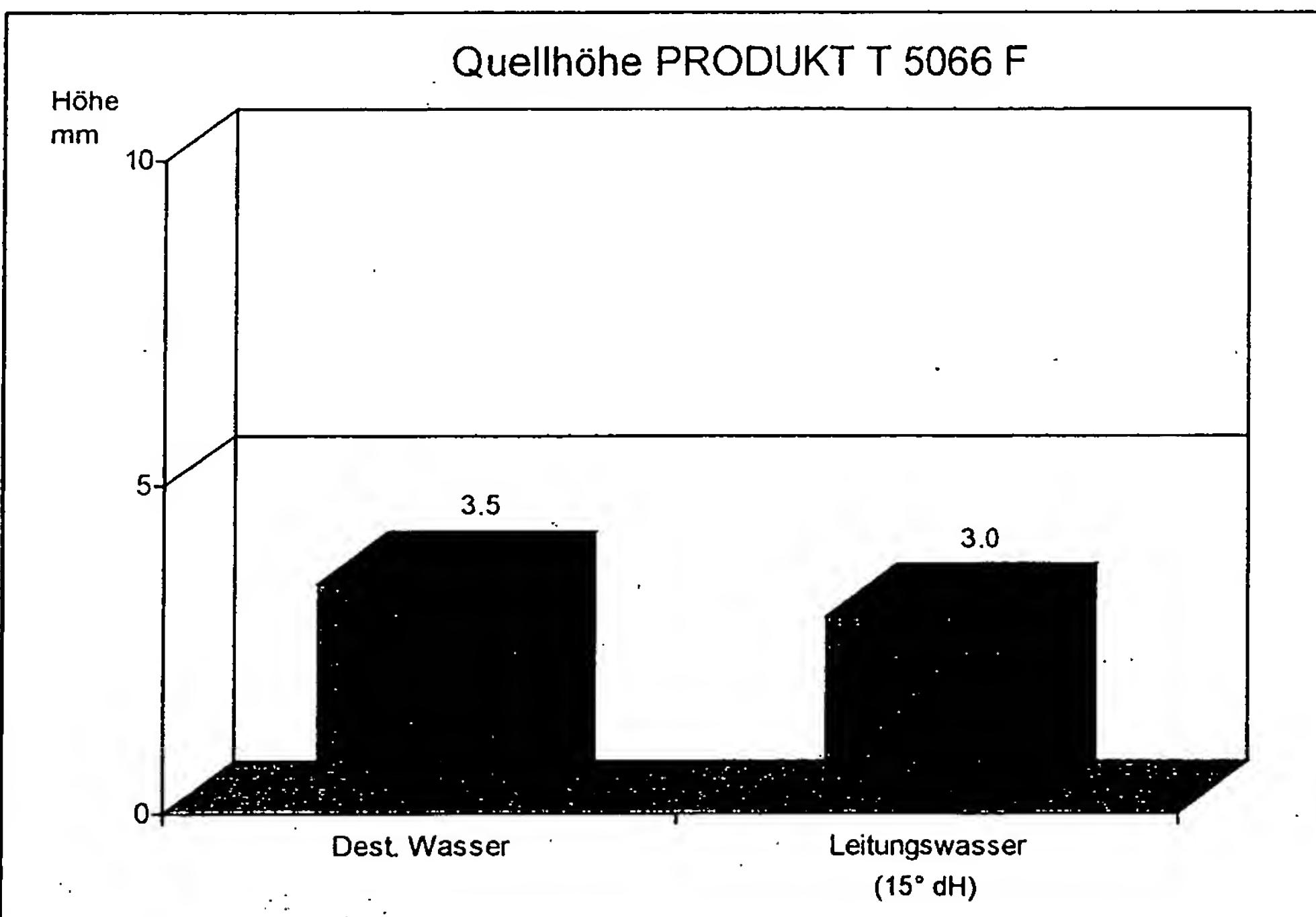
Wassergehalt:

(DIN 53 723)

1 Jahr unter trockenen Bedingungen

Liefergebinde:

90 kg in Polyfaß



Die vorstehenden Angeben entsprechen dem derzeitigen Stand unserer Erkenntnisse und Erfahrungen. Wir beraten Sie damit unverbindlich und bitten Sie, alle Angaben über die Verwendung unserer Produkte auf die bei Ihnen vorliegenden Verhältnisse abzustimmen und den verwendeten Materialien anzupassen.

degussa.

Stockhausen Superabsorber

Technisches Datenblatt

Hochsaugaktives Quellpulver für industrielle Anwendungen

PRODUKT T 5066 F

Chemische Basis:

Polyacrylsäure, quervernetzt,
teilneutralisiert als Natriumsalz

Anwendung:

Leiter- und Schirmdrahtstopfung mit Pulvereintragssystemen sowie Einsatz bei Kabelfüllmassen und diversen Baustoffen

Aussehen:

weißes Pulver

Kornverteilung:

1 – 63 µm

Wassergehalt:
(DIN 53 723)

> 63 µm max 2 %

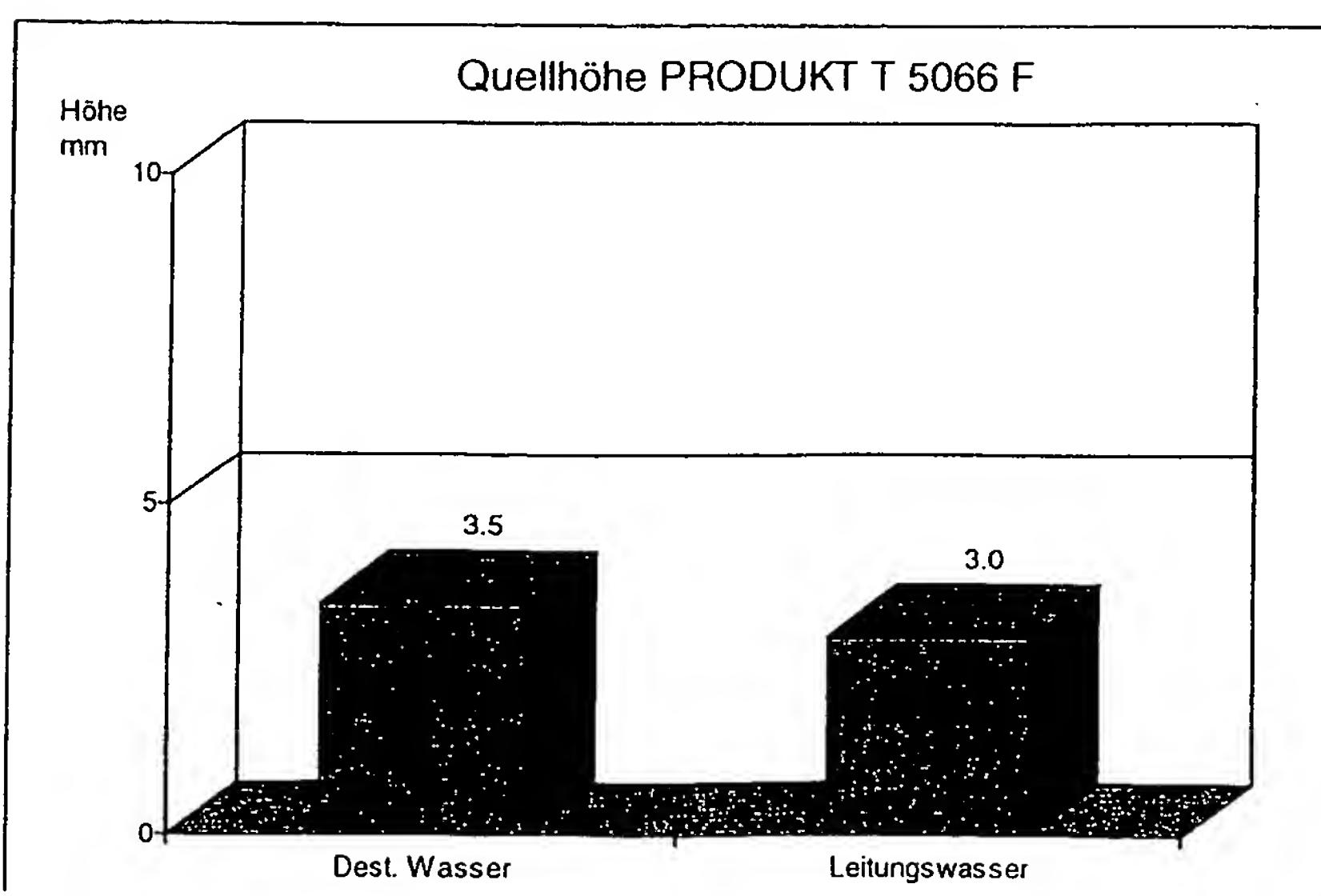
5 ± 2 %

Lagerung:

1 Jahr unter trockenen Bedingungen

Liefergebinde:

90 kg in Polyfaß

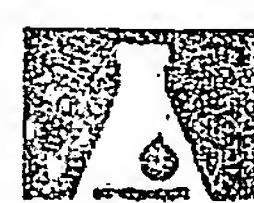


Stockhausen
GmbH & Co. KG

SVT / Sales & Marketing
Absorbent Polymers

Bäkerpfad 25
D-47805 Krefeld

Phone (+49) 21 51-38 14 93
Fax (+49) 21 51-38 10 54
[http://
www.stockhausen.com](http://www.stockhausen.com)





BASF Aktiengesellschaft
Sicherheitsdatenblatt
 gemäß 91/155/EWG

*** vorläufiges Exemplar ***

BASF Sicherheitsdatenblatt
 Datum / überarbeitet am: 12.10.2001
 Produkt: Luquasorb DF

EDB/DA
 Version: 1.01

1. Stoff/Zubereitungs- und Firmenbezeichnung

Luquasorb DF ✓

Firma:

BASF Aktiengesellschaft
 D-67056 Ludwigshafen
 Tel.: 0621-60-0

Notfallauskunft: BASF Werkfeuerwehr Ludwigshafen
 Tel.: 0621-60-43333 Fax: 0621-60-92664

2. Zusammensetzung/Angaben zu Bestandteilen

Chemische Charakterisierung:

Natrium Polyacrylat, vernetzt

3. Mögliche Gefahren

Besondere Gefahrenhinweise für Mensch und Umwelt: Nicht erforderlich
 (siehe Abschnitt 8, 10)

4. Erste-Hilfe-Maßnahmen

- Allgemeine Hinweise: Verunreinigte Kleidung entfernen.
- Nach Einatmen: Bei Beschwerden nach Einatmen von Staub: Frischluft, Arzthilfe.
- Nach Hautkontakt: Mit Wasser und Seife abwaschen.
- Nach Augenkontakt: 15 Minuten bei gespreizten Lindern unter fließendem Wasser
- Nach Verschlucken:
 Mund ausspülen und reichlich Wasser nachtrinken. Gründlich ausspülen.
- Hinweis für den Arzt:
 Symptomatische Behandlung (Dekontamination, Vitalfunktionen),
 kein spezifisches Antidot bekannt.

5. Maßnahmen zur Brandbekämpfung

Geeignete Löschmittel:
Sprühwasser, Trockenlöschmittel, Schaum

Aus Sicherheitsgründen ungeeignete Löschmittel:
Kohlendioxid (CO₂) (Staubexplosionsgefahr)

Bei einem Brand kann freigesetzt werden: Gase / Dämpfe
Gefährdung hängt von den verbrennenden Stoffen und den Brandbedingungen ab.

Besondere Schutzausrüstung:
Im Brandfall umluftunabhängiges Atemschutzgerät tragen.

Weitere Angaben:
Kontaminiertes Löschwasser muß entsprechend den örtlichen behördlichen
Vorschriften entsorgt werden.

6. Maßnahmen bei unbeabsichtigter Freisetzung

Personenbezogene Vorsichtsmaßnahmen:

Atemschutz erforderlich

Umweltschutzmaßnahmen:

Das Produkt darf nicht ohne Vorbehandlung (biologische Kläranlage)
in Gewässer gelangen.

Staubbildung vermeiden.

Verfahren zur Reinigung / Aufnahme:

Mit staubbindendem Mittel aufnehmen und entsorgen.

7. Handhabung und Lagerung

Handhabung:

beim Umfüllen größerer Mengen ohne Absauganlage:
Atemschutz (Staubschutzmaske)

Hinweise zum sicheren Umgang:

Staubablagerung sind zu vermeiden, Staubbildung vermeiden.

Brand- und Explosionsschutz:

Produkt enthält brennbare Polymere. Daher sind die einschlägigen Maßnahmen des
Brandschutzes zu beachten. Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen treffen.

Lagerung:

Behälter dicht geschlossen an einem trockenen Ort aufbewahren.

Produkt ist hygroskopisch.

VCI – Lagerklasse: 11

8. Expositionsbegrenzung und persönliche Schutzausrüstungen

Zusätzliche Hinweise zur Gestaltung technischer Anlagen:
siehe 7

Bestandteile mit arbeitsplatzbezogenen zu überwachenden Grenzwerten:

Basierend auf Ergebnissen einer im Auftrag des Instituts für Polyacrylatabsorber (USA) mit mikronisiertem superabsorbierenden Polymerfeinstaub durchgeföhrten 2-Jahres-Inhalationsstudie (Ratte), wird als Industriestandard ein arbeitsplatzgrenzwert von kleiner 0.05 mg/m³ atembarer Polymerstaub (Korngröße kleiner 10 Mikrometer) empfohlen.

Zu beachten ist: Zusätzliche Hinweise siehe MAK-Liste.

Persönliche Schutzausrüstung

Atemschutz: Beim Auftreten atembarer Stäube Staubschutzmaske benutzen

Handschutz: Schutzhandschuhe

Augenschutz: Schutzbrille

Körperschutz: Geschlossene Arbeitskleidung

Allgemeine Schutz- und Hygienemaßnahmen:

Die beim Umgang mit Chemikalien üblichen Vorsichtsmaßnahmen sind zu beachten.

9. Physikalische und chemische Eigenschaften

Form: Granulat

Farbe: weiß

Geruch: geruchlos

Flammpunkt: > 100°C (DIN 51758)

Explosionsgefahr: staubexplosionsfähig

Zündtemperatur: > 200°C (DIN 51794)

Staubexplosions-Gefahrenklasse: ST 1

Schüttdichte: ca. 500 kg/m³

Löslichkeit in Wasser: (20°C) unlöslich, quellbar

pH-Wert: (bei 5 g/l, 20°C) in 0.9 % iger NaCl-Lösung ca. 6

Weitere Angaben:

Produkt ist hygroskopisch

10. Stabilität und Reaktivität

Zu vermeidende Bedingungen:
Vor Feuchtigkeit schützen.

Gefährliche Reaktionen:
Staubexplosionsfähig

Gefährliche Zersetzungprodukte:
Keine bei bestimmungsgemäßer Verarbeitung

11. Angaben zur Toxikologie

Die Aussage ist von Produkten ähnlicher Zusammensetzung abgeleitet.

Akute Toxizität:

LD50/oral/Ratte: > 2000 mg/kg
LD50/dermal/Ratte: > 2000 mg/kg

Primäre Hautreizwirkung/Kaninchen/OECD 404: Nicht reizend
Primäre Schleimhautreizwirkung/Kaninchenauge/OECD 405: Nicht reizend

Subakute-chronische Toxizität:

Eine chronische (2 Jahre) Lebenszeit-Inhalationsstudie an Ratte mit mikronisiertem superabsorbierenden Polymerstaub (um vollständig lungengängige Teilchen zu erhalten) ergab unspezifische entzündliche Lungeneffekte, die bei chronischer Exposition in der höchsten Dosisgruppe bei einigen Ratten zum Auftreten von Lungentumoren führten.

Ohne chronische Entzündungsreaktionen sind keine Tumore zu erwarten.

Die Studie erbrachte einen klaren NOEL (No-Observed-Effect Level) von 0.05 mg/m³ mikronisiertem superabsorbierenden Polymerstaub.

Wirkt nicht sensibilisierend

12. Angaben zur Ökologie

Angaben zur Elimination:

Infolge seiner geringen Wasserlöslichkeit wird das Produkt in biologischen Kläranlagen weitgehend mechanisch abgetrennt.

Verhalten in Umweltkompartimenten:

Auf Grund der Konsistenz des Produktes ist keine disperse Verteilung in der Umwelt möglich. Negative ökologische Wirkungen sind daher nach heutigem Kenntnisstand nicht zu erwarten.

13. Hinweise zur Entsorgung

Produkt muss unter Beachtung örtlicher, behördlicher Vorschriften einer Sonderbehandlung zugeführt werden, z.B. geeigneter Verbrennungsanlage.

Ungereinigte Verpackungen:

Nicht kontaminierte Verpackungen können wiederverwendet werden.

Nicht reinigungsfähige Verpackungen sind wie der Stoff zu entsorgen.

14. Angaben zum Transport

Kein Gefahrgut in Sinne der Transportvorschriften.

15. Vorschriften

Kennzeichnung nach EG-Richtlinien:

Nicht kennzeichnungspflichtig

Nationale Vorschriften:

Wassergefährdungsklasse: WGK 1 (Deutschland) (Selbsteinstufung)

Sonstige Vorschriften:

VDI-Richtlinie 2263 (Deutschland)

16. Sonstige Angaben

Die vorstehenden Angaben stützen sich auf den heutigen Stand uns Kenntnisse und stellen keine Zusicherung von Eigenschaften dar. Bestehende Gesetze und Bestimmungen sind vom Empfänger unseres Produktes in eigener Verantwortung zu beachten

KI GEL SG SERIES

Water Absorbent Polymer with
Resistance to Saline Solutions

12. 1995
KURARAY CO., LTD.
ISOPRENE R&D DEPT.

KI GEL-SG SERIES

The super absorbent polymer, "KI GEL-SG SERIES" is developed for water-stop material.

1. General properties

Table 1 Water absorption properties of KI GEL-SG SERIES

| | Absorption distilled water [g / g] | Absorption sea water [g / g] |
|---------------|--|--------------------------------------|
| KI GEL-SG-160 | 157 | 27 |
| KI GEL-SG-80 | 76 | 20 |

Appearance : White granular powder

Packed specific gravity : 0.5~0.6

2. Characteristics

- 1) The water-stop materials compounded with KI GEL-SG SERIES have the high degree of swelling by sea water, and there show the excellent effect of water-stop.
- 2) The water-stop materials compounded with KI GEL-SG SERIES are the small gap between the degree of swelling by water and by sea water.
- 3) The water-stop materials compounded with KI GEL-SG SERIES have no considerable change of the degree of swelling by sea water after dip in it for a longtime, and there show the excellent effect of water-stop.
- 4) The water-stop materials compounded with KI GEL-SG SERIES have the high degree of swelling by running water, and there show the excellent effect of water-stop.
- 5) The water-stop materials compounded with KI GEL-SG SERIES have no considerable change of the degree of swelling by sea water after repeating of swelling-drying cycle.

The Water-stop Materials Compounded with KI GEL-SG SERIES
 ~Compounded Chloroprene Rubber with KI GEL-SG SERIES~

We show the formulation of water-stop compounds with super absorbent polymer in table 2.

1. Compounds

Table 2 Formulation of water-stop compounds with super absorbent polymer

| | |
|-------------------------|-----|
| Chloroprene rubber | 100 |
| Super absorbent polymer | 100 |
| Stearic acid | 3 |
| ZnO | 5 |
| MgO | 4 |
| Accelerator | 1.5 |
| Antioxidant | 1 |

weight %

2. Swelling characteristics

The water-stop materials compounded with KI GEL-SG SERIES are able to swell a large amount of water for a very short time according to table 3.

Table 3 Speed of swelling of the water-stop materials compounded with super absorbent polymer

| | Degree of swelling [g / g] | | |
|------------------|------------------------------|--------|--------|
| | 1 day | 2 days | 3 days |
| KI GEL-SG-160-F2 | 11.4 | 16.6 | 16.6 |
| KI GEL-SG-80-F2 | 9.6 | 12.2 | 12.2 |
| KI GEL-201K-F2 | 11.5 | 18.3 | 18.3 |

F-2 is fine powder under 60 µm.

The water-stop materials compounded with KI GEL-SG SERIES have higher degree of swelling by sea water than other products. And there are the small gap between the degree of swelling by water and by sea water according to table 4.

Table 4 Degree of swelling of the water-stop materials compounded with super absorbent polymer

| | Degree of swelling | | Degree of swelling ratio sea water/water [%] |
|------------------|--------------------------|--------------------|---|
| | distilled water [g/g] | sea water [g/g] | |
| KI GEL-SG-160-F2 | 16.6 | 2.8 | 17 |
| KI GEL-SG-80-F2 | 12.2 | 2.5 | 20 |
| KI GEL-20IK-F2 | 18.3 | 2.1 | 11 |
| A product | 20.2 | 1.2 | 6 |
| B product | 10.2 | 1.9 | 19 |

(M) Vilec Ssp ~

A tolu

F-2 is fine powder under 60 µm.

Artificial sea water : AQUAMARIN YASHIMA PURE CHEMICALS CO., LTD.

A product : Commercialized acrylic super absorbent polymer

B product : Commercialized acrylic super absorbent polymer with resistance to saline solutions

*Degree of swelling : Both distilled water and sea water asked for under the formula

Degree of swelling [η/η] = Weight of water-stop at dip in distilled water(sea water) for 3 days / Weight of water-stop before at dip in it - 1

*Degree of swelling ratio : Gap a degree of swelling between distilled water and sea-water asked for under the formula

Degree of swelling ratio [%] = Degree of swelling by sea water / Degree of swelling by water × 100

3. Stability

The water-stop materials compounded with KI GEL-SG SERIES have not only high degree of swelling by sea water but also no considerable change of the degree of swelling after dip in it for a long time according to table 5.

Table 5 Stability of the water-stop materials compounded with super absorbent polymer after dip in sea water

| | Change degree of swelling with time | | |
|------------------|-------------------------------------|-----------|-----------|
| | 3 days | 30 days | 60 days |
| KI GEL-SG-160-F2 | 2.8 100 | 2.6 93 | 2.6 93 |
| KI GEL-SG-80-F2 | 2.5 100 | 2.4 96 | 2.4 96 |
| KI GEL-20IK-F2 | 2.1 100 | 1.6 76 | 1.6 76 |
| A product | 1.2 100 | 1.0 83 | 0.9 75 |

Upper...degree of swelling [g/g]

lower...retension of swelling [%]

F-2 is fine powder under 60 μm.

A product : Commercialized acrylic super absorbent polymer

4. Stability by running water

We compared minimum degree of swelling by running water at 100f/min.. The water-stop materials compounded with KI GEL-SG SERIES have higher degree of swelling than other products according to table 6.

Table 6 Stability of the water-stop materials compounded with super absorbent polymer by running water

| | minimum degree of swelling [g / g] |
|------------------|---|
| KI GEL-SG-160-F2 | 4. 4 |
| KI GEL-SG-80-F2 | 4. 1 |
| KI GEL-201K-F2 | 2. 8 |
| A product | 1. 5 |
| B product | 3. 1 |

F-2 is fine powder under 60 μ m.

A product : Commercialized acrylic super absorbent polymer

B product : Commercialized acrylic super absorbent polymer with resistance to saline solutions

5. Durability

The water-stop materials compounded with KI GEL-SG SERIES have no considerable change of the degree of swelling by sea water after repeatings of swelling-drying cycle according to table 7.

- 1) Swelling condition : dip in sea water for 7 days
- 2) Drying condition : in dryer of 100°C for 2 hours

Table 7 Change the water-stop materials with repeatings of swelling-drying cycle

| | degree of swelling by sea water | | | |
|------------------|---------------------------------|-----------|-----------|------------|
| | 1 cycle | 2 cycles | 3 cycles | 4 cycles |
| KI GEL-SG-160-F2 | 2.8 100 | 2.7 96 | 2.7 96 | 2.7 96 |
| KI GEL-SG-80-F2 | 2.5 100 | 2.4 96 | 2.4 96 | 2.5 100 |
| KI GEL-201K-F2 | 1.9 100 | 1.6 84 | 1.5 79 | 1.4 74 |
| A product | 1.1 100 | 0.9 82 | 0.9 82 | 0.8 73 |

Upper...degree of swelling [g/g]

lower...retension of swelling [%]

F-2 is fine powder under 60 μ.

A product : Commercialized acrylic super absorbent polymer